



RWS TRANSLATION SOLUTIONS

5316 Hwy. 290 West, 330, Austin, Texas 78735

tel: (512) 899-1881 • fax: (512) 899-1626

Email: rws-austin@inetmail.att.net

USSR Patent No. 1763000 A1

RWS Translation Solutions Number: 32-1547

Translated from Russian into English

(19) SOVIET UNION
State Committee for Inventions
and Discoveries of the USSR
DESCRIPTION OF AN INVENTION
(11) AUTHOR'S CERTIFICATE 1763000 A1

(51) B 01 J 20/18; B 01 D 53/28

(54) METHOD OF OBTAINING A DESSICATING ELEMENT

(72) N.F. Fedorov, G.K. Ivanyuv, M.I. Nolova, V.V. Samonin,
M.L. Podvyaznikov, Yu. A. Fedotov, and S.B. Dolgoplosk.

(71) Lensovet Leningrad Technological Institute

(21) 4754282/26

(22) October 30, 1989

(46) September 23, 1992

Bulletin No. 35

(53) 66.074(088.8)

(56) U.S. Patent No. 4,447,565, Class: C 08 J 9/32, 1984

(57) The invention concerns the obtaining of drying agents or dessicants based on zeolites. The purpose of the invention is to increase the thermal stability, sorptive capacity, and the density of the dessicant, and to shorten the duration of the production process. This goal is achieved by a prior saturation of the zeolite with water, with its subsequent washing in a polymer solvent. Simultaneously with shaping, the interaction of the processed zeolite with a thermally stable polymer is carried out by passing, through a layer of the zeolite of equal volume, a 1-5% solution of a polymer of the series: polydimethylmethylvinylsoloxane, polyphenyl silsesquioxane, polymetaphenylene isophthalamide, and polymetaphenylene isoterephthalamide, heated to the boiling temperature of the solvent. Fixation of the layer is effected by blowing air through it at the rate of 0.5-3.0 L/min for 5-25 min, with the subsequent passage of a volume of water, heated to 40-60°C, through an equal layer volume, and it is thermally processed at 340-400°C for 20-60 min. The method permits a 2.1-2.6-fold increase in capacity, a 1.1-2.6 fold increase in the density of the layer, thermal stability at 40-170°C, and a reduction in the thermal processing time. The dessicant obtained by the proposed method has an SEC, with regard to water, of 0.25-0.30 g/g, a density of 1.1-1.3 g/cm, and thermal stability at 340-400°C. 1 patent claim. One table.

The invention concerns a sorption technology, in particular, methods of obtaining drying elements (DE), and can be used to produce elements based on zeolites for purifying and drying gaseous media.

The purpose of the invention is to increase the sorptive capacity, density, and thermal stability of the DE, and also to shorten the duration of the process of DE production.

This goal is achieved in that in the method of producing DE, involving the interaction of a zeolite with a thermally stable polymer, shaping, fixation of the layer, and thermal processing, the zeolite is first processed by saturation with water with subsequent washing in a polymer solvent; the interaction with the thermally stable polymer is conducted simultaneously with the shaping by passing, through the layer of processed zeolite, a 1.5% solution of a thermally stable polymer equal to its [the zeolite] volume and chosen from : polydimethylmethylvinylsiloxane, polysilsesquioxane, polymetaphenylene isophthalamide, and polymetaphenylene isoterephthalamide, heated to the boiling temperature of the solvent (toluene, dimethyl acetamide, dimethyl formamide). The fixation of the layer is effected by blowing it with air at the rate of 0.5-0.3 L/min for 5-25 min with subsequent passage of the same volume of water, heated to 40-60°C, and it is thermally processed at 340-400°C for 20-60 min.

The preliminary processing of the zeolite by saturation with water with subsequent washing with a polymer solvent compensates for the porous structure of the zeolite, prevents obstruction, and at the same time permits the avoidance of coagulation of the polymer solution in the first stage of the DE production process. The passage, through the zeolite layer, of a 1-5% solution of a thermally stable polymer chosen from: polydimethylmethylvinylsiloxane, polyphenyl silsesquioxane, polymetaphenylene isophthalamide, and polymetaphenylene isoterephthalamide makes it possible to obtain a thermally stable film on the surface of the particles, which thickens at the points of contact of the particles with each other due to the forces of capillary tension that arise in the interparticle space. The use of a polymer heated to the boiling point leads, upon contact with a zeolite that is at room temperature, to the formation of a defective structure of the film. Fixation of the layer by flowing air through it facilitates an increase in the strength of the structure and assures a maturation of the porous system in the polymer coating due to intensive evaporation of the solvent. The subsequent passage of heated water through the layer removes the solvent residues from the system and fixes the membrane-like polymer structure that forms on the zeolite surface.

EXAMPLE

100 cm³ of zeolite NaA (granules) are saturated with water in a dryer at $P/P_z = 0.95$ up to a complete filling of the pore space ($aH_2O = 0.26$ g/g). The water-saturated zeolite is charged

into the steel vessel of the dryer, 100 cm³ of toluene are passed through, 100 cm³ of a 5% solution of polydimethylmethylvinylsiloxane (PMVS) in toluene are poured in, and it is blown through with air for 10 min at the rate of 1 L/min. Next, 100 cm³ of water heated to 50°C are passed through. The thermal processing for fixation of the layer and regeneration of the zeolite are conducted at 360°C for 60 min.

The results of testing the materials obtained in accordance with the example are given in the table [no table provided in Russian text].

Thus, the invention makes it possible to increase the capacity of the DE layer by 2.1-2.6-fold and the density of the DE layer by 1.1-2.6 fold, allows thermal stability at 40-170°C, and shortens the time required to thermally process the DE.

PATENT CLAIMS

1. Method of obtaining a drying element or dessicant, involving the interaction of a zeolite with a thermally stable polymer, shaping, fixation of the layer, and thermal processing, characterized in that in order to increase the thermal stability, sorptive capacity, and density and also to shorten the duration of the production process; the zeolite is preliminarily treated by saturation with water, with subsequent washing in a polymer solvent; the interaction with the thermally stable polymer is conducted simultaneously with the shaping by passing, through the layer of processed zeolite, an equal volume of a 1-5% solution of thermally stable polymer of the following types: polydimethylmethylvinylsiloxane, polyphenyl silsesquioxane, polymetaphenylene isophthalamide, and polymetaphenylene isoterephthalamide, heated to the boiling temperature of the solvent, with the fixation of the layer being effected by blowing air through it at the rate of 0.5-3.0 L/min for 5-25 min and with the subsequent passage through it of a volume of water equal to the volume of the layer, heated to 40-60°C, and with thermal processing being conducted at a temperature of 340-400°C for 20-60 min.

2. Method according to Claim 1, characterized in that hexane, benzene, toluene, heptane, octane, dimethyl acetamide, or dimethyl formamide is used as the solvent.



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

1027
(19) SU (11) 1763000 A1

(51) B 01 J 20/18//B 01 D 53/28

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4754282/26
(22) 30.10.89
(46) 23.09.92. Бюл. № 35
(71) Ленинградский технологический институт им. Ленсовета
(72) Н.Ф. Федоров, Г.К. Ивахнюк, М.И. Нилова, В.В. Самонин, М.Л. Подвязников, Ю.А. Федотов и С.Б. Долгопоск
(53) 66.074.7(088.8)
(56) Патент США
№ 4447565, кл. С 08 J 9/32, 1984.
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОСУШАЮЩЕГО ЭЛЕМЕНТА
(57) Изобретение относится к получению осушителей на основе цеолитов. Цель изобретения - повышение термостойкости, сорбционной емкости, плотности осушителя, сокращение длительности процесса получения. Цель достигается предварительным насыщением цеолита водой с последующим промыванием его в растворе полимера. Одновременно с формова-

2

нием проводят взаимодействие обработанного цеолита с термостойким полимером путем пропускания через слой цеолита равного объема 1-5%-ного раствора полимера из ряда полидиметилметилвинилсилоксан, полифенилсилсесквиоксан, полиметафениленизофталамид, полиметафениленизотерфталамид, нагретого до температуры кипения растворителя. Закрепление слоя осуществляют путем продувки воздухом со скоростью 0.5-3.0 л/мин в течение 5-25 мин с последующим пропусканием равного объема слоя объема воды, нагретой до 40-60°C, термообработывают при 340-400°C в течение 20-60 мин. Способ позволяет повысить емкость в 2.1-2.6 раза, плотность слоя в 1.1-2.6 раз, термостойкость на 40-170°C и сократить время термообработки. Полученный предлагаемым способом осушитель обладает COE по воде 0.25-0.30 г/г, плотностью 1.1-1.3 г/см, термостойкостью 340-400°C. 1 з.п. ф-лы, 1 табл.

Изобретение относится к сорбционной технике, в частности к способам получения осушающих элементов (ОЭ), и может быть использовано при получении элементов на основе цеолита для очистки и осушки газовых сред.

Целью изобретения является повышение сорбционной емкости, плотности, термостойкости ОЭ, а также сокращение длительности процесса получения ОЭ.

Поставленная цель достигается тем, что в способе получения ОЭ, включающем взаимодействие цеолита с термостойким полимером, формование, закрепление слоя и термообработку, цеолит предварительно

обрабатывают насыщением водой с последующим промыванием в растворе полимера; взаимодействие с термостойким полимером проводят одновременно с формованием путем пропускания через слой обработанного цеолита равного ему объема 1-5%-ного раствора термостойкого полимера из группы полидиметилметилвинилсилоксан, полисесквиоксан, полиметафениленизофталамид, полиметафениленизотерфталамид, нагретого до температуры кипения растворителя (толуол, диметилацетамид, диметилформамид), закрепление слоя осуществляют продувкой воздухом со скоростью 0.5-3.0 л/мин в те-

„SU“ 1763000 A1

чение 5-25 мин с последующим пропуском такого же объема воды, нагретой до 40-60°C, а термообработывают при 340-400°C в течение 20-60 мин.

Предварительная обработка цеолита насыщением водой с последующим промыванием растворителем полимера консервирует пористую структуру цеолита, предупреждает блокирование и в то же время позволяет избежать свертывания раствора полимера на первой стадии процесса получения ОЗ. Пропускание через слой цеолита 1-5%-ного раствора термостойкого полимера из группы полидиметилметилвинилсилоксан, полифенилсилсесквиоксан, полиметафениленизофталамид, полиметафениленизотерефталамид позволяет получить на поверхности частиц термостойкую пленку, утолщающуюся в местах контакта частиц друг с другом за счет сил капиллярного натяжения, возникающих в межчастичном пространстве. Использование нагретого до температуры кипения полимера приводит в контакте с цеолитом, имеющим комнатную температуру, к образованию дефектной структуры пленки. Закрепление слоя продувкой воздухом способствует повышению прочности структуры, обеспечивает созревание пористой системы в полимерной оболочке за счет интенсивного испарения растворителя. Последующее пропускание нагретой воды через слой удаляет остатки растворителя из системы, фиксирует образовавшуюся мембраноподобную структуру полимера на поверхности цеолита.

Пример. 100 см³ цеолита NaA (гранулы) насыщают водой в эксикаторе при P/P_н=0.95 до полного заполнения пористого пространства (ан_{H2O}=0.26 г/г). Насыщенный водой цеолит засыпают в стальной корпус осушителя, пропускают 100 см³ толуола, заливают 100 см³ 5%-ного раствора полидиметилметилвинилсилоксана (СКТВ) в толуоле, продувают воздухом в течение 10 мин со скоростью 1 л/мин, затем пропуска-

ют 100 см³ воды, нагретой до 50°C. Термообработку для закрепления слоя и регенерации цеолита проводят при 360°C в течение 60 мин.

В таблице приведены результаты испытаний материалов, полученных аналогично примеру.

Таким образом, изобретение позволяет повысить емкость слоя ОЗ в 2.1-2.6 раза, плотность слоя ОЗ в 1.1-2.6 раз, термостойкость на 40-170°C и сократить время, требуемое для термообработки ОЗ.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения осушающего элемента, включающий взаимодействие цеолита с термостойким полимером, формование, закрепление слоя и термообработку, отличающийся тем, что, с целью повышения термостойкости, сорбционной емкости, плотности, а также сокращения длительности процесса получения, цеолит предварительно обрабатывают путем насыщения водой с последующим промыванием в растворителе полимера, взаимодействие с термостойким полимером проводят одновременно с формованием путем пропускания через слой обработанного цеолита равного объему слоя объема 1-5%-ного раствора термостойкого полимера из ряда полидиметилметилвинилсилоксан, полифенилсилсесквиоксан, полиметафениленизофталамид, полиметафениленизотерефталамид, нагретого до температуры кипения растворителя, закрепление слоя осуществляют путем продувки воздухом со скоростью 0.5-3.0 л/мин в течение 5-25 мин с последующим пропусканием равного объему слоя объема воды, нагретой до 40-60°C, а термообработку ведут при температуре 340-400°C в течение 20-60 минут.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве растворителя используют гексан или бензол, или толуол, или гептан, или октан, или диметилацетамид, или диметилформамид.

№	Цеплют		Растворитель		Раствор полимера		Продувка воз- духом		Применяе- мая		Термообра- ботка		ρ _{H2O} г/г	Δ, г/см ³	Примечание	
	насыщен- ный H ₂ O	V, см ³	насыщен- ный	V, см ³	состоя- ние	V, см ³	тем- пература нагр.	V, см ³	тем- пература нагр.	V, см ³	тем- пература нагр.					
1	НДА	100	толуол	100	СКТБ в толуоле	110	5	1	10	100	50	360	60	0,25	1,1	Созревает форму (.) расм при V = = 0,58 г/мин. см ³ = = -65°C, H = 4 см
2	НДА	-	толуол	-	Ластопил в толуоле	10%	3	1	5	-	40	400	40	0,28	1,2	-
3	САА	-	ДМАА	-	Полн-м СНТОА в ДМАА	16%	1	0,5	20	-	45	340	20	0,32	1,0	-
4	САХ	-	ДМАА	-	Полн-м СНТОА в ДМАА	15%	2,5	3	15	-	60	350	50	0,30	1,3	-
5	КАА	-	толуол	-	Полн-м СНТОА в ДМАА	11%	4,5	1,5	25	-	55	380	30	0,27	1,2	-
6	-	-	-	-	СКТБ в толуоле	11%	5	1	10	100	50	380	60	0,26	1,2	-
7 ¹	-	-	-	-	-	11%	-	-	-	-	-	-	-	0,26	-	Рассыпается
8 ¹	-	-	-	-	-	17%	-	-	-	-	-	-	-	0,26	-	Созревает форму
9 ¹	-	-	-	-	-	10%	-	-	-	100	50	360	60	0,26	1,2	Рассыпается
10 ¹	-	-	-	-	-	12%	-	-	-	100	50	360	60	0,18	1,3	Созревает форму
11 ¹	-	-	-	-	-	10%	6	1	10	100	50	360	60	0,20	0,9	Нат-я неогорюда.
12 ¹	-	-	-	-	-	11%	0,5	1	10	-	-	-	-	0,25	1,2	Рассыпается
13 ¹	-	-	-	-	-	11%	5	0,2	10	-	-	-	-	0,24	1,2	Нат-я неогорюда.
14 ¹	-	-	-	-	-	11%	5	4	10	-	-	-	-	0,25	1,1	-
15 ¹	-	-	-	-	-	11%	-	1	3	-	-	-	-	-	-	Нат-я неогорюда.
16 ¹	-	-	-	-	-	11%	-	-	30	-	-	-	-	0,25	1,1	Созревает форму
17 ¹	-	-	-	-	-	11%	-	-	10	80	-	-	-	-	-	Неогорюдый мат-я

Продолжение таблицы

№	Целлит насыщенный H_2O	Растворитель		Раствор полимера		Прочность волокон		Прочность волокон		Термостойкость		$\Delta \rho$, г/см ³	Примечание
		$V, \text{см}^3$	наименование	$V, \text{см}^3$	степень	$V, \text{см}^3$	$\Sigma, \text{мм}$	$V, \text{см}^3$	$\Sigma, \text{мм}$	$t, ^\circ\text{C}$	$\Sigma, \text{мм}$		
18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,22	Сохраняет форму
19	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,22	Хлопья
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,25	Сохраняет форму
21	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,20	-
22	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,18	Разлагается
23	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,19	Сохраняет форму
24	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,26	-
25	Без насыщения H_2O	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	Разлагается
26	Целлит по известному способу	100	-	Смесь Ketamid 601	130 г 20	-	-	-	-	120° 200	60 за- 120	0,12	Сохраняет форму
27	Целлит по известному способу	100	-	-	-	-	-	-	-	360	60	-	Разлагается

В таблице $\Delta \rho, \text{г/г}$ - емкость единицы слоя, г/см^3 - плотность слоя;

СКТВ - поливинилпирролидон КСМ-100;

Ластосил - полифенилсульфон КСМ-100;

Пол-м ФНТСА - полиметакрилатно-терестеральный;

Пол-м ФНН - полиметакрилатно-фенольный;

ДМАА - диметилацетамид;

ДМАА - диметилацетамид

Редактор Т.Иванова	Составитель И.Чиликина Техред М.Моргентал	Корректор О.Кравцова
Заказ 3406	Тираж	Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5		
Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101		

